

Pentamethyldehydrohämatoxylin.

Schmp. α -Verbindung 168—170°, β -Verbindung 175—176°. Mischschmelzpunkt 145—155°.

Die beiden β -Verbindungen sind unterdessen ebenfalls durch Einwirkung von Schwefelsäure auf das Tetramethylhämatoxylin von v. Kostanecki und Rost¹⁾ dargestellt und als Derivate des (1'- oder 4'-)Oxy-3,4,6',7'-Tetramethoxy-Brasans beschrieben worden. Die von ihnen angegebenen Schmelzpunkte sind für die Acetyltetramethylverbindung 196° (Vouk 194—195°) und für das Pentamethylderivat 174° (Vouk 175—176°).

Wir möchten schliesslich noch daran erinnern, dass wir seinerzeit durch verschiedenartige reducirende Acetylierung des Brasileins zwei Acetylderivate erhalten haben, welche sich von den Körpern $C_{16}H_8(OH)_4$ bzw. $C_{16}H_9O(OH)_3$ ableiten liessen. Das Studium dieser Verbindungen haben wir im letzten Schuljahre wieder aufgenommen und hoffen, darüber bald berichten zu können.

Wien, I. Chem. Universitäts-Laboratorium.

625. W. Herz und G. Muhs: Ueber die Löslichkeit einiger Salze der Erdalkalimetalle mit organischen Säuren in Essigsäure.

(Eingegangen am 2. November 1903.)

Die nachfolgenden Löslichkeitsbestimmungen wurden derart ausgeführt, dass die aufzulösenden Salze im Ueberschuss mit dem Lösungsmittel bei 26—27° so lange im Thermostaten geschüttelt wurden, bis sich die Sättigung eingestellt hatte. Dann wurde absetzen gelassen, ein bestimmtes Volumen abpipettirt und in einer gewogenen Glasschale auf dem Wasserbade eingedampft. Nach dem Trocknen im Luftbade bei 70° wurde der Rückstand gewogen.

Calciumtartrat.

Das Calciumtartrat wurde durch Fällung einer Lösung von Chlorcalcium mit Kaliumnatriumtartrat in der Kälte gewonnen; der Niederschlag wurde abgesaugt, mit Wasser ausgewaschen und zwischen Filtrirpapier getrocknet. Die Zusammensetzung des Salzes wurde derart bestimmt, dass eine abgewogene Menge im Platintiegel bis zur Ge-

¹⁾ Diese Berichte 36, 2202.

²⁾ Monatsh. f. Chem. 22, 207; 23, 165.

wichtsconstanz geglüht wurde, wobei gebrannter Kalk zurückblieb. Es ergaben sich 15.6 pCt. Calcium gemäss der Formel $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 + 4\text{H}_2\text{O}$, welcher ein Calciumgehalt von 15.4 pCt. entspricht; die Existenz dieses Salzes ist bereits von Anschütz¹⁾ angegeben worden.

Lösungsmittel	Gramm Rückstand in 50.052 ccm Lösung	
	I. Versuch	II. Versuch
Wasser	0.0219	0.0216
Essigsäure 0.57-normal	0.1079	0.1084
» 1.425- »	0.1653	0.1620
» 2.85- »	0.1969	0.1971
» 3.80- »	0.2045	0.2044
» 5.70- »	0.1844	0.1845
» 10.09- »	0.1160	0.1161
» 16.505- »	0.0337	—

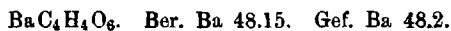
Strontiumtartrat.

Durch Fällung von Strontiumchlorid mit Kaliumnatriumtartrat entstand ein anscheinend amorpher Niederschlag, der bald krystallinisch wurde. Die Reinigung und Trocknung erfolgte wie oben. Da das Strontiumsalz beim Glühen nicht völlig in das Oxyd übergeht, so wurde die Analyse derart ausgeführt, dass eine abgewogene Salzmenge geglüht und dann mit concentrirter Schwefelsäure in das Sulfat übergeführt wurde. Dem Salz $\text{SrC}_4\text{H}_4\text{O}_6 + 3\text{H}_2\text{O}$ entspricht ein Strontiumgehalt von 30.2 pCt. Strontium, während 30.1 pCt. gefunden wurden:

Lösungsmittel	Gramm Rückstand in 50.052 ccm Lösung	
	I. Versuch	II. Versuch
Wasser	0.1135	0.1134
Essigsäure 0.565-normal	0.3395	0.3387
» 1.425- »	0.4315	0.4321
» 2.85- »	0.4979	0.4982
» 3.77- »	0.5247	0.5268
» 5.65- »	0.4917	0.4905
» 16.89- »	0.0918	0.0919

Baryumtartrat.

Das Salz wurde ebenso wie das Strontiumsalz erhalten und analysirt, ist aber im Gegensatz zu Letzterem scheinbar dauernd amorph. Seine Zusammensetzung ist:



¹⁾ Ann. d. Chem. 226, 200 [1884].

Lösungsmittel	Gramm Rückstand in 50.052 ccm Lösung	
	I. Versuch	II. Versuch
Wasser	0.0323	0.0332
Essigsäure 0.565-normal	0.1144	0.1158
» 1.425- »	0.1557	0.1562
» 2.85- »	0.1736	0.1743
» 3.77- »	0.1847	0.1890
» 5.65- »	0.1875	0.1854
» 16.85- »	0.0218	0.0217

Calciumoxalat.

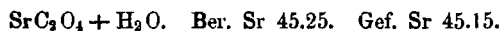
Das Salz wurde durch Fällung einer Calciumchloridlösung durch Ammoniumoxalatlösung in der Siedehitze gewonnen, abgeseugt, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Das Salz lieferte dann noch keine stimmenden Analysenzahlen, sondern enthielt immer Calciumcarbonat. Daher wurde dasselbe mehrere Stunden auf dem Wasserbade mit Essigsäure erwärmt, nochmals filtrirt, gereinigt und getrocknet. Die Analyse ergab in genauer Uebereinstimmung mit der Formel $\text{Ca C}_2\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O}$ 27.4 pCt. Calcium.

Lösungsmittel	Gramm Rückstand in 50.052 ccm Lösung	
	I. Versuch	II. Versuch
Wasser.	0.0017	0.0017
Essigsäure 0.58-normal	0.0048	0.0048
» 2.89- »	0.0058	0.0058
» 5.79- »	0.0064	0.0064

Beim Schütteln mit sehr hoch normaler Essigsäure (16.25-normal) erhält man eine trübe Flüssigkeit, die auch nach tagelangem Stehen nicht klar wird, beim Filtriren stets trüb durchläuft und ganz den Eindruck einer colloidalen Lösung macht.

Strontiumoxalat.

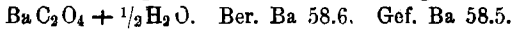
Das Salz wurde dargestellt durch Fällung einer kochenden Strontiumchloridlösung mit heisser Ammoniumoxalatlösung. Das gereinigte und getrocknete Salz entsprach der Zusammensetzung:



Lösungsmittel	Gramm Rückstand in 50.052 ccm Lösung	
	I. Versuch	II. Versuch
Wasser.	0.0045	0.0044
Essigsäure 0.58-normal	0.0263	0.0262
» 1.45- »	0.0311	0.0310
» 2.89- »	0.0321	0.0320
» 3.86- »	0.0299	0.0300
» 5.79- »	0.0248	0.0249
» 16.26- »	0.0030	0.0031

Baryumoxalat.

Oxal säurelösung wurde in der Hitze mit Barytwasser neutralisirt, der Niederschlag mit heissem Wasser gewaschen und auf dem Wasserbade einige Stunden mit Wasser erhitzt¹⁾. Das Salz wurde abgesaugt und im Vacuumexsiccator getrocknet. Die Analyse durch Ueberführung in das Sulfat ergab die Zusammensetzung:



Lösungsmittel	Gramm Rückstand in	50.052 ccm Lösung	
		I. Versuch	II. Versuch
Wasser	0.0077	0.0078	
Essigsäure 0.565-normal	0.0422	0.0424	
» 1.425- »	0.0520	0.0519	
» 2.85- »	0.0556	0.0555	
» 3.85- »	0.0564	0.0565	
» 5.79- »	0.0511	0.0310	
» 17.30- »	0.0048	0.0048	

Bei allen Löslichkeitsversuchen zeigt sich, dass der Rückstand sowohl in Wasser wie in der höchsten Essigsäureconcentration, die fast dem Eisessig entspricht, am geringsten ist. Die Löslichkeiten zeigen ein Maximum zwischen 2.5- und 3.5-normal. Das stimmt mit den elektrischen Leitfähigkeiten der Essigsäure überein, die nach Kohlrausch und Holborn²⁾ bei denselben Normalitäten höchste Werthe annehmen. Die Leitfähigkeiten bei 2.5-normal und 3.5-normal zeigen kaum eine Verschiedenheit ($10^4k = 16.19$ und 16.05); auch die Löslichkeiten sind bei diesen Normalitäten nahezu gleich.

Breslau, den 31. October 1903. Chem. Institut der Universität.

626. Otto Liebknecht und Erling Nilsen: Eine neue Methode zur Bestimmung des Erstarrungspunktes geschmolzener Elektrolyte.

[Laboratorium der Versuchsstation der Deutschen Gold- und Silber-Scheid-Anstalt vorm. Rossler, Frankfurt a. M.]

(Eingegangen am 2. November 1903.)

Im Folgenden sei kurz eine Methode beschrieben, um rasch und mit ziemlicher Genauigkeit den Erstarrungspunkt von geschmolzenen Elektrolyten zu bestimmen. Wir waren gezwungen, uns nach einer solchen Methode umzusehen, da die in der Literatur angegebenen Schmelzpunkte oft stark differiren.

¹⁾ Groschuff, diese Berichte 34, 3317 [1901].

²⁾ Leitvermögen der Elektrolyte, Leipzig 1898, S. 155.